





分離の減圧乾燥することで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0029】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を充填剤として用い、長さ2.5cm、内径0.46cmのステンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0030】⑤ 実施例3

T.S.係数=0.286のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径20μm、平均細孔径1300Å) にカルバモイル表面処理を施した。

【0031】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

実施例1の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0032】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持

上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.25gを酢酸エチル12.5mlに溶解させ、このポリマーソープの全量を均一に①のシリカゲル1.25gに散布した。散布後、酢酸エチルを50℃、120Torrの条件で15分間の減圧乾燥を行ったことで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0033】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を充填剤として用い、長さ2.5cm、内径0.46cmのステンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0034】⑤ 実施例4

T.S.係数=0.696のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径20μm、平均細孔径1300Å) にカルバモイル表面処理を施した。

【0035】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

実施例1の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を得た。

【0036】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持

上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 2.0gを酢酸エチル27.0mlに溶解させ、このポリマーソープの1/2量を均一に①のシリカゲル1.5gに散布した。散布後、酢酸エチルを50℃、120Torrの条件で15分間の減圧乾燥を行った。引続きポリマーソープの1/2量を同様に散布後、酢酸エチルを同条件にて15分間の減圧乾燥、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0041】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を得た。

(3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0036】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持

上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 5.0.25gを酢酸エチル437.2mlに溶解させ、このポリマーソープの1/3量を均一に①のシリカゲル117.25gに散布した。散布後、酢酸エチルを50℃、120Torrの条件で15分間の減圧乾燥を行った。引続きポリマーソープの1/3量を同様に散布後、酢酸エチルを同条件にて15分間の減圧乾燥し、残り1/3量を均一に散布し、酢酸エチルを25分間の減圧乾燥により減圧除去を行うことで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0037】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を充填剤として用い、長さ2.5cm、内径0.46cmのステンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0038】⑤ 実施例5

T.S.係数=0.379のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径20μm、平均細孔径1300Å) にカルバモイル表面処理を施した。

【0039】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

実施例1の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0040】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持

上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 2.7.0gを酢酸エチル27.0mlに溶解させ、このポリマーソープの1/2量を均一に①のシリカゲル1.5gに散布した。散布後、酢酸エチルを50℃、120Torrの条件で15分間の減圧乾燥を行った。引続きポリマーソープの1/2量を同様に散布後、酢酸エチルを同条件にて15分間の減圧乾燥、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0041】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を得た。

【0042】⑤ 実施例6

T.S.係数=0.240のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径20μm、平均細孔径1300Å) にカルバモイル表面処理を施した。

【0047】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

実施例1の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を得た。

【0048】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持

上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.25.0gを酢酸エチル125.0mlに溶解させ、このポリマーソープの全量を均一に①のシリカゲル237.5.0gに散布した。散布後、酢酸エチルを50℃、120Torrの条件で10.5分間の減圧乾燥を行うことで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0049】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を充填剤として用い、長さ2.5cm、内径0.46cmのステンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

を充填剤として用い、長さ2.5cm、内径0.46cmのステンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0042】⑤ 比較例1

T.S.係数=1.050のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径20μm、平均細孔径1300Å) にカルバモイル表面処理を施した。

【0043】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

実施例1の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0044】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持

上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 2.5gを酢酸エチル18.75mlに溶解させ、このポリマーソープの1/4量を均一に①のシリカゲル3.75gに散布した。散布後、酢酸エチルを50℃、120Torrの条件で15分間の減圧乾燥を行った。引続きポリマーソープの1/4量を同様に散布後、酢酸エチルを同条件にて30分間の減圧乾燥を行った。最後に、ポリマーソープの1/4量を同様に散布し、残り1/4量のポリマーソープを同様に散布後、酢酸エチルを同条件にて60分間の減圧乾燥を行うことで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0045】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を充填剤として用い、長さ2.5cm、内径0.46cmのステンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0046】⑤ 比較例2

T.S.係数=0.240のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理  
実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径20μm、平均細孔径1300Å) にカルバモイル表面処理を施した。

【0047】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

実施例1の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を得た。

【0048】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの相持

上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.25.0gを酢酸エチル125.0gに溶解させ、このポリマーソープの全量を均一に①のシリカゲル237.5.0gに散布した。散布後、酢酸エチルを50℃、120Torrの条件で10.5分間の減圧乾燥を行うことで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持型充填剤を得た。

【0049】④ 作製充填剤からのHPLC用充填剤の作製

④で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に相持した分離剤を充填剤として用い、長さ2.5cm、内径0.46cmのステンレス製カラムにスラリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0050】⑤ 比較例3

T.S.係数=0.23×3.14×25=4.15cm<sup>3</sup>、FR:1.0ml/ml、n<sub>D</sub>:1.51、t<sub>R</sub>(TS):0.16min、T.S.係数=[4.15-t<sub>R</sub>(TS)-0.16]×1.0 / (t<sub>R</sub>(TS)-0.16)×1.0

さらに実施例1～5及び比較例1～2において作製したHPLC用光学異性体分離用カラムを用い、ラセミ体である下式で表される化合物1～4の光学分離を行い、下式により、各光学活性体の分離の程度を示す指標である分離度R<sub>S</sub>値を算出した。その結果も表1に示す。

【0051】

【比1】

フロントページの続き

特開2001-296288

FI  
COTC 29/76  
33/40  
45/79  
49/83

識別記号

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>  
COTC 29/76  
33/40  
45/79  
49/83

12

【0052】Rs=2 (t1-t2) / (w1+w2)  
(ここで、t1、t2は各光学異性体の溶出時間、w1、w2は  
光学異性体ピークのピーク幅を示す。)  
【0053】  
【図1】



HPLC用 カラム	TS係数 (min)	分離度 (R <sub>s</sub> )			
		化合物1	化合物2	化合物3	化合物4
1	2.67	4.91	1.55	1.95	1.77
2	2.15	3.40	1.05	1.44	1.12
3	3.14	3.55	1.03	1.21	1.50
4	2.42	3.95	1.21	1.53	1.34
5	2.94	3.79	1.38	1.90	1.91
6	2.03	1.05	0.63	1.01	0.69
7	3.25	2.28	0.59	0.65	1.21

【0054】また充填剤のTS係数と化合物1のRs値との関係を図1に、充填剤のTS係数と化合物2～4のRs値との関係を図2に示した。

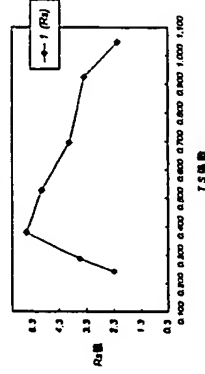
【0055】以上の結果から、TS係数が0.25から1.0の範囲にある充填剤は、光学異性体の分離性能が良好であることがわかる。

【図面の簡単な説明】

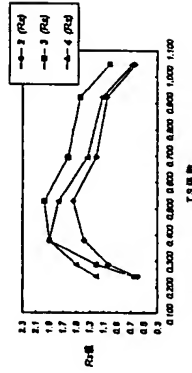
【図1】 充填剤のTS係数と化合物1のRs値との関係を示す図である。

【図2】 充填剤のTS係数と化合物2～4のRs値との関係を示す図である。

【図1】



【図2】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**